

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表2002-506166

(P2002-506166A)

(43)公表日 平成14年2月26日(2002.2.26)

| (51)Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号  | F I           | テマコード(参考)         |
|--------------------------|-------|---------------|-------------------|
| F 0 1 N 3/28             | 3 1 1 | F 0 1 N 3/28  | 3 1 1 N 3 G 0 9 1 |
| B 0 1 D 53/86            |       | B 0 1 J 19/24 | A 4 D 0 4 8       |
| B 0 1 J 19/24            |       | 33/00         | G 4 G 0 6 9       |
| 33/00                    |       | B 0 1 D 53/36 | B 4 G 0 7 5       |
| C 0 4 B 35/80            |       | C 0 4 B 35/80 | K                 |
|                          |       | 審査請求 有        | 予備審査請求 有 (全 34 頁) |

(21)出願番号 特願2000-535437(P2000-535437)  
(86)(22)出願日 平成11年2月18日(1999.2.18)  
(85)翻訳文提出日 平成12年9月8日(2000.9.8)  
(86)国際出願番号 PCT/US99/03461  
(87)国際公開番号 WO99/46028  
(87)国際公開日 平成11年9月16日(1999.9.16)  
(31)優先権主張番号 09/038, 243  
(32)優先日 平成10年3月11日(1998.3.11)  
(33)優先権主張国 米国 (US)  
(81)指定国 EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, I T, LU, MC, NL, PT, SE), BR, CA, C N, IN, JP, KR, MX

(71)出願人 ユニフラックス コーポレイション  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14305  
-2413 ナイアガラ フォールズ ワール  
プール ストリート 2351  
(72)発明者 ファーナンド ジョセフ エイ  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14228  
アムハースト ハミングバード レーン  
4  
(72)発明者 テン アイク ジョン ディー  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14092  
ルイストン リッジ ロード 1458  
(74)代理人 弁理士 中村 稔 (外9名)

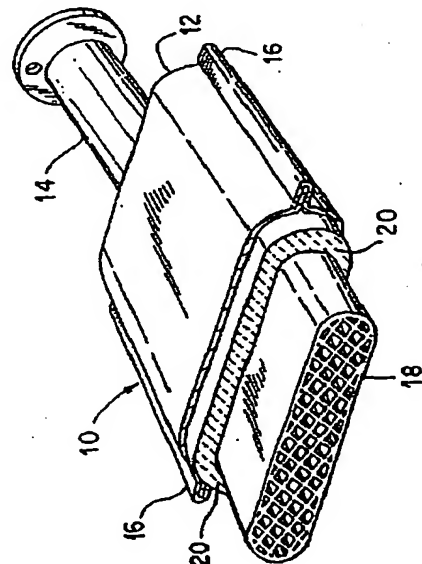
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 触媒コンバーター等の脆弱構造体用の支持要素

(57)【要約】

支持要素(20)は、ハウジング(12)と前記ハウジング内に弾性的にマウントされた脆弱構造体(18)との間に配置されている。前記支持要素はアルミナ及びシリカを含む溶融形成したセラミックファイバーからなる一体型の実質的に非膨張性のブライを含んでいる。前記ファイバーは約1~約14 $\mu$ mの平均直径を有し、

(1)少なくとも1100℃で少なくとも30分間のファイバーの熱処理及び(11)少なくとも990℃で少なくとも1時間のファイバーの熱処理のうちの1つの時間-温度処理の下で熱処理を受けている。得られた熱処理ファイバーは適切な取り扱い特性を有し、X線回折により検出される少なくとも約5~約50%の結晶化度を有し、かつ約50~約500Åの結晶の大きさを有している。得られた支持要素(20)は、900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するために少なくとも4ps1の最小残留圧力を提供する。前記支持要素(20)は、触媒コンバーター(10)、ディーゼル粒子トラップ等の排気ガス処理装置に使用することができる。脆弱構造体(18)



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ハウジングと、

前記ハウジング内に弾性的にマウントされた脆弱構造体と、

前記ハウジングと前記脆弱構造体との間に配置された支持要素であって、前記支持要素はアルミナ及びシリカを含む溶融形成したセラミックファイバーからなる一体型の実質的に非膨張性のプライを含み、前記ファイバーは約1～約14  $\mu$ mの平均直径を有し、前記ファイバーが適切な取り扱い特性を有し、X線回折により検出される少なくとも約5～約50%の結晶化度を有し、かつ約50～約500Åの結晶の大きさを有するように(i)少なくとも1100℃で少なくとも30分間のファイバーの熱処理及び(ii)少なくとも990℃で少なくとも1時間のファイバーの熱処理のうちの1つの時間-温度処理の下で熱処理を受けており、前記支持要素は900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するために少なくとも27579Pa(4psi)の最小残留圧力を発揮する手段を含んでいる支持要素、との組み合わせ。

【請求項2】 前記脆弱構造体が周辺部を有し、前記周辺部の少なくとも一部分が前記支持要素によって一体的に包まれている、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項3】 前記ファイバーが、アルミノケイ酸塩からなる群より選ばれた、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項4】 前記ファイバーが、約40～約60質量%のアルミナ及び約60～約40質量%のシリカを含むアルミノケイ酸塩である、請求項3に記載の組み合わせ。

【請求項5】 前記ファイバーが、約3～約6.5  $\mu$ mの平均直径を有する、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項6】 前記ファイバーが、約10%よりも少ないショットを有している、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項7】 前記ファイバーが、1100～約1400℃で少なくとも1時間維持することにより熱処理されている、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項8】 前記支持要素が、900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するための少なくとも68948Pa（10psi）の最小残留圧力を提供する、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項9】 前記支持要素が、  
前記ファイバーを溶融紡糸する工程、  
前記ファイバーを熱処理する工程、及び、  
前記ファイバーをマット形態に一体化する工程  
を含む方法により製造される、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項10】 前記ファイバーが、少なくとも約1100℃で少なくとも2時間の時間-温度処理の下で熱処理されている、請求項1に記載の組み合わせ。

【請求項11】 請求項1～10のいずれかに記載の組み合わせを含むことを特徴とする、排気ガス処理装置。

【請求項12】 請求項1～10のいずれかに記載の組み合わせを含むことを特徴とする、触媒コンバーター。

【請求項13】 請求項1～10のいずれかに記載の組み合わせを含むことを特徴とする、ディーゼル粒子トラップ。

【請求項14】 脆弱構造体に断熱性及び機械的ショック耐性を提供するために、ハウジングを有する装置内に少なくとも1つの入口面を有する脆弱構造体をマウントする方法であって、

アルミナ及びシリカを含む溶融形成セラミックファイバーからなる一体型の実質的に非膨張性のプライを含む可撓性支持要素を製造する工程であって、前記ファイバーは約1～約14 $\mu$ mの平均直径を有し、前記ファイバーが適切な取り扱い特性を示し、X線回折により検出される少なくとも約5～約50%の結晶化度を有し、かつ約50～約500Åの結晶の大きさを有するように冷却前に（i）少なくとも1100℃で少なくとも30分間のファイバーの熱処理及び（ii）少なくとも990℃で少なくとも1時間のファイバーの熱処理の1つの時間-温度処理の下で熱処理を受けている工程、

前記入口面に隣接する前記構造体表面の少なくとも一部の外辺部全体を前記可

撓性支持要素で包む工程、

前記包んだ構造体の周囲にハウジングを形成する工程、及び、

前記構造体と前記ハウジングとの間の前記支持要素を放射状に圧縮する工程を含み、前記支持要素は900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するための少なくとも27579Pa (4psi) の最小圧力を発揮する手段を含んでいることを特徴とする方法。

【請求項15】 前記プライが、約3～約30mmの非取付時の公称厚さ、約0.03～約0.3g/cm<sup>3</sup>の非取付時の公称密度及び約2～約8mmの取付時の厚さを有する、請求項14に記載の方法。

【請求項16】 更に前記可撓性支持要素が、前記熔融形成セラミックファイバーからなる前記プライにバインダーを含浸させることにより製造される、請求項14に記載の方法。

【請求項17】 前記の製造工程が、前記ファイバーを少なくとも1100℃で少なくとも2時間熱処理する工程を含んでいる、請求項14に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の属する技術分野

本発明は、触媒コンバーター、ディーゼル微粒子トラップ及びその他の排気ガス処理装置に向けられる。より詳細には、本発明は、ハウジングと脆弱構造体との間に配置された支持要素によりハウジング内に支持され、ハウジング内にマウントされた脆弱構造体を有する装置に向けられる。支持要素は改善された弾性及び取扱性並びに増加した支持圧力 (support pressure) 特性を有し、かつ脆弱構造体をマウントし、かつ支持するための溶融形成されたセラミックファイバーの一体型 (integral) の実質的に非膨張性のプライ (ply) 又は層 (layer) を含んでいる。非膨張性支持要素の改善された特性は、溶融形成したセラミックファイバーを少なくとも1100℃で少なくとも30分間又は少なくとも990℃で少なくとも1時間処理することを要求する時間-温度処理 (regimen) 下の熱処理することによる制御されたムライト微結晶形成の結果である。

発明の背景

例えば触媒支持構造体等の触媒を保持するための、脆弱構造体を含む自動車及びディーゼルエンジンの排気ガス処理用の触媒コンバーターアセンブル (assembly) を使用して、一酸化炭素及び炭化水素の酸化及び窒素酸化物の還元を達成している。脆弱構造体は金属ハウジング内にマウントされる。脆弱構造体は、脆弱材料、例えば金属又は脆性、不燃性のセラミック材料、例えば酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化マグネシウム、ジルコニア、堇青石、炭化ケイ素等から形成されるモノリシック構造物から好ましくは製造される。これらの材料は、多数の小さな流路を有するスケルトンタイプの構造体を提供する。しかしながら、前記したように、これらの構造体はしばしば非常に脆弱である。実際、これらのモノリシック構造体は非常に脆弱であるので、小さな衝撃の負荷又はストレスが構造体に亀裂を生じさせる又は破碎するのに十分であることが多い。

脆弱構造体は、金属ハウジング中、前記脆弱構造体の外面と前記ハウジングの内面との間のスペース又はギャップとともに含まれている。脆弱構造体を前記の熱及び機械的ショック並びにその他のストレスから保護し、断熱を提供するために

、マウント又は支持材料の少なくとも1つのプライ又は層を脆弱構造体とハウジングとの間のギャップ内に置くことが知られている。例えば、譲受人の米国特許第4,863,700号、4,999,168号、5,032,441号及び5,580,532号（参照することにより、それぞれの開示内容が本明細書に組み込まれる）は、触媒コンバーター装置であって、脆弱構造体を保護し、その他脆弱構造体をハウジング内に保持するために、前記装置内に含まれるハウジングと脆弱構造体との間のギャップ内に配置されたマウント用又は支持用材料を有する触媒コンバーター装置を開示している。

#### 【0002】

しかしながら、最新の自動車触媒コンバーターに適切な、触媒コンバーター装置に使用される最新のマウント用材料でさえ、脆弱構造体及び触媒コンバーター製造者の全ての設計上の要求を完全に満たしていない。特に、マウント用マット（mounting mat）と呼ばれることがある多数の支持材料の最新のプライにより発揮される残留保持圧力（residual holding pressure）は、触媒コンバーターが広範囲の熱変動を受けるときには不適當であり、このとき触媒支持構造体とも呼ばれる脆弱構造体に対して金属ハウジングが有意な膨張及び収縮を引き起こし、次にはある時間期間の間のマウント用マットの有意な圧縮及び膨張のサイクルを引き起こすことが見いだされた。これらの最新のマウント用マットは、温度が900℃をゆうに超え、不断の熱サイクルを受ける最も過酷な適用において脆弱構造体を十分に保持しないことが見いだされた。振動及び機械的衝撃はマウント用マットの更なる問題である。

更にこれらの問題は、直径が35mmより大きい触媒支持構造体を有する触媒コンバーターシステムにおいては更に増幅される。なぜなら、大きな構造体は大きな外側ハウジングを含み、これは脆弱な支持構造体に関するハウジングの大きな熱膨張による高温下における脆弱な支持構造体とハウジングとの間の大きなギャップの拡大を意味するからである。通常の操作条件下、約13790Pa（約2psi）である支持要素又はマットについての最小有効保持圧力（holding pressure）は、脆弱構造体を取り外されかつ損傷を受けることを防ぐのに十分である。有効なマット保持圧力は、マット保持圧力×マット／脆弱構造体の界面の摩

擦係数により定義される。典型的なマット製品の摩擦係数は、一般的使用条件において約0.45である。それゆえ、マウント用マットは、900℃の公称 (nominal) 温度における200サイクルのテスト後に少なくとも27579 Pa (4 psi) 及び900℃の公称温度における1000サイクルのテスト後に少なくとも27579 Pa (4 psi) の十分な残留最小保持圧力を有していることが要求される。より好ましくは、支持要素 (すなわち、マウント用マット) は、900℃の公称温度における200サイクルのテスト後に少なくとも68948 Pa (10 psi) の最小保持圧力を有していなければならない。900℃で1000サイクルのテストをしたとき、支持用マットは、好ましくは少なくとも約41369 Pa (約6 psi) の最小保持圧力、より好ましくは少なくとも82737 Pa (12 psi) の最小保持圧力を有している。更に、支持要素は高温曝露及び機械的サイクリングにより予測可能かつ許容しうる分解性を示さなければならない。これは、プライが、約600サイクル後に100サイクルあたり約6895 (約1 psi) をこえない分解の通常パターンを示すことが好ましいことを意味している。

### 【0003】

従来のほとんどのマウント用マットは、極めて高価な高アルミナ耐熱性セラミックファイバーを使用することにより分解及び熱サイクルの問題を克服しようと試みてきた。この高アルミナ耐熱性セラミックファイバーはマウント用マットの製造コストに有意に追加される。これらの耐熱性セラミックファイバーは、水溶液又は「オルガノゾル」又は「ゾルゲル (sol gel)」と呼ばれるコロイド分散液から製造される。ゾルゲル法により形成されるセラミックファイバーは、モノリシック構造体をマウントするために必要な高度な弾性を提供するが、その高コストは製造者をその他の安価な溶液を探索させることを余儀なくさせている。

例えば、マウント用又は支持用マットの幾つかの製造者は、マットを備え付ける前に例えばステッチ結合 (stitch binding) などの高価な予備的処理の手段を取っていた。その他の例では、使用するマウント用材料は、取扱性及び弾性のための十分な強度を提供するために、その他のマウント用材料、例えば膨張性シート及びバックング層 (backing layer) との組合せた使用を要求するだろう。こ

これらのマウント用材料は一般的に非常に厚く、構造的一体性の必要性 (structural integrity necessary) を欠き、砕けることを防ぐためにバッグ内で取り扱うことを要求するだろう。更に取り付けるための大きさに切断することが難しく、触媒支持構造体とハウジングとの間のギャップ内の支持性マウントに必要な材料に十分に適合するように実質的に圧縮しなければならない。したがって、過剰の材料がハウジングの外側へ絞り出される「フラッシング (flashing)」が一般的に起こる。

ゾルゲル由来物を使用する代わりに、耐熱性セラミックファイバーを、溶融加工技術を使用して作成する試みがされてきた。しかしながら、従来の溶融形成したセラミックファイバーは典型的におよそ30～60%のショット (shot) を含み、触媒コンバーター又はその他の類似の装置内のマウント用マットの特定の用途には適しないと考えられてきた。ファイバーを処理してショット含量を5%程度に低下させることができるけれども、少なくとも幾つかの特許、例えば米国特許第4,929,429号、第5,028,397号及び第5,250,269号は、これらの処理ファイバーは必要な弾性を依然として欠いており、それゆえ、公称温度900℃において必要な保持圧力を提供することができないことを示唆している。

#### 【0004】

しかしながら、少なくとも1つの特許が、溶融形成した耐熱性セラミックファイバーについての不足分を克服することを試みていた。米国特許第5,250,269号は、特定のアニール工程を使用してマット用の実質的に非晶質の耐熱性セラミックファイバーを作成した場合、マウント用マットは必要な弾性値を有することを教示している。「実質的に非晶質」とは、X線回折により結晶化度がを検出することができないことを意味する。この結果を得るために、米国特許第5,250,269号は少なくとも700℃であり990℃よりも低いアニール温度が実質的に非晶質の溶融形成セラミックファイバーを得るために必要であることを記載している。アニール工程は、セラミックファイバー内に含まれるショットの量にかかわらず十分な弾性値を有する適切なセラミックファイバーを提供することが示唆されている。使用される特定のタイプのメルト加工ファイバー、例



えばメルトブラウンファイバー又はメルトスパンファイバーは米国特許第5, 250, 269号には開示されていない。

英国特許明細書第1, 481, 133号において、非晶質セラミックファイバーのブランケット又はシートは、圧縮下において実質的に永久ひずみを保持するが、ファイバーを200Å未満の結晶大きさを有する微粒子結晶形態へ転換し、圧縮後にブランケットを元の構成の約85～90%まで戻すことにより良好な弾性を得ることができることを示唆している。この英国特許明細書にしたがうと、ファイバーを約950℃の失透温度よりも高い温度で加熱し、約1050℃よりも高い温度を避けることにより前記の状態を達成することができる。前記英国特許明細書によると、高温は、低い取扱性を与えるコースに粒状になった構造 (course-grained structure) を形成すると認識されているからである。ファイバーは、前記の温度で、耐熱性セラミックファイバー全体に失透を生成するのに十分な時間加熱する。しかし、過度の粒子成長が始まる前に終了しなければならない。前記英国特許明細書にしたがうと、加熱の時間は10分～1時間で変動するだろう。

前記英国特許明細書は、ファイバーのことを、圧縮力を解放したときに元の構成の少なくとも85～90%を回復することができるものと特徴付けているけれども、前記明細書はファイバーのブランケット又はシートに適切な用途は何であるかを特定していない。1970年代において耐熱性セラミックファイバーのマット及びブランケットはファーネスライナー (furnace liner) として一般的に使用されていた。触媒コンバーターのマウント用マットにおける使用に適したファイバーについての記載はまったくない。

それにもかかわらず、本発明は、高インデックス、結晶化、熔融形成セラミックファイバーを980℃のムライト結晶化温度よりも高い温度、より好ましくは990℃から約1400℃で制御された態様で熱処理して、特定量の結晶化度及び微結晶大きさを得ることによりファイバーを使用して、これにより触媒コンバーター支持用マットの形態におけるファイバーのパフォーマンスを増加させることを探求してきた。そのようなファイバーは好ましくはX線回折により検出される結晶化度が少なくとも約5～約50%であり、微結晶の大きさが約50～約5

00Aであろう。そのようなファイバーを使用するとき、支持体は、900℃で200サイクル及び／又は1000サイクルの後におけるハウジング内の脆弱性触媒支持構造体を保持するための最小圧力の少なくとも27579Pa（4psi）を提供する。

#### 【0005】

##### 発明の要約

本発明の目的は、改良された保持圧力特性を有する支持要素を含む、排気ガス処理装置を提供することである。

本発明の別の目的は、前記のように支持要素を含む装置であって、前記支持要素がアルミナ及びシリカからなる高指数溶融形成セラミックファイバーから形成されている装置を提供することである。

本発明の更に別の目的は、前記のように溶融形成セラミックファイバーの実質的に非膨張性プライを含む装置であって、前記プライが少なくとも990℃～約1400℃で熱処理温度に依存しての30分以上の熱処理による溶融形成セラミックファイバーにおける制御されたムライト微結晶形成の結果である装置を提供することである。

本発明の更に別の目的は、200サイクル及び／又は1000サイクルの試験において900℃の公称温度で少なくとも約27579Pa（約4psi）の十分な保持圧力を示し、かつ、高温曝露及び機械的サイクルによる予測可能なかつ許容しうる分解を示す支持要素を含む装置を提供することである。

明細書から明らかになる触媒コンバーター及びその他の排気ガス処理装置に関する既知のものに対する有利な効果を伴う前記目的の1以上は、後述及び請求項に記載される本発明により達成される。

一般的に、本発明は、ハウジング及び前記ハウジング内に弾力的にマウントされた脆弱構造体と組み合わせた支持要素であって、前記支持要素は前記ハウジングと前記脆弱構造体との間に配置され、溶融形成したセラミックファイバーの一体型（integral）の実質的に非膨張性のプライを含み、前記ファイバーは少なくともアルミナ及びシリカを含み、約1～約14μmの平均直径を有し、前記ファイバーが適切な取り扱い特性を示し、X線回折により検出される少なくとも約5

～約50%の結晶化度を有し、約50～約500Åの結晶の大きさを有するように(i)少なくとも1100℃で少なくとも30分間のファイバーの熱処理及び(ii)少なくとも990℃で少なくとも1時間のファイバーの熱処理のうちの1つの時間-温度処理の下で熱処理を受けており、前記支持要素は900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するために少なくとも27579Pa(4psi)の最小圧力を発揮する手段を含んでいる支持要素を提供する。そのような組み合わせは、排出ガス処理装置、触媒コンバーター及びディーゼル粒子トラップを含む多数の異なる製品に含まれるだろう。

本発明のその他の目的及び側面は、脆弱構造体に断熱性及び機械的ショック耐性を提供するために、ハウジングを有する装置内に少なくとも1つの入口面(inlet surface)を有する脆弱構造体をマウントする方法であって、少なくともアルミナ及びシリカを含む溶融形成セラミックファイバーからなる一体型の実質的に非膨張性のプライを含む可撓性支持要素を製造する工程であって、前記ファイバーは約1～約14μmの平均直径を有し、前記ファイバーが適切な取り扱い特性を示し、X線回折により検出される少なくとも約5～約50%の結晶化度を有しかつ約50～約500Åの結晶の大きさを有するように冷却前に(i)少なくとも1100℃で少なくとも30分間のファイバーの熱処理及び(ii)少なくとも990℃で少なくとも1時間のファイバーの熱処理の1つの時間-温度処理の下で熱処理を受けている工程；前記入口面に隣接する前記構造体表面の少なくとも一部の外辺部全体を前記可撓性支持要素で包む工程；前記包んだ構造体の周囲にハウジングを形成する工程；及び、前記構造体と前記ハウジングとの間の前記支持要素を放射状(radially)に圧縮する工程を含み、前記支持要素は900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するための少なくとも27579Pa(4psi)の最小圧力を発揮する手段を含んでいることを特徴とする方法により達成されるだろう。

#### 【0006】

#### 発明の詳細な説明

排気ガス処理装置の1つの代表的な形態は、一般的には図1の10に示される触媒コンバーターとして示される。本発明は示される触媒コンバーターにおける

使用に限定されるものではなく、その形状は本発明を説明するための例示に過ぎないことが理解されるだろう。実際は、前記したように、支持要素（マウント用マットと呼ばれることがある）を使用して、ディーゼル粒子トラップ等の全ての脆弱構造体をマウント又は支持することができるだろう。本発明の支持用マットについての非自動車用途には、化学工業における排出（排気）煙突用の触媒コンバーターが含まれるがこれに限定されるものではない。用語「脆弱構造体」とは、天然状態で脆弱又は壊れやすく、本明細書に記載されるように支持要素から利益を得る金属又はセラミックモノリス（monolith）等の構造体を意味しかつ含むことを意図する。

触媒コンバーター10は、金属、例えば高温耐性鋼の2つの部分から形成される管状ハウジング12を一般的に含んでいる。ハウジング12は一方の端に入口14を含み、他方の端に出口（示さず）を含んでいる。入口14及び出口は、その外端で適切に形成されており、これにより内燃機関の排気システム内の導管に固定（secure）されるだろう。装置10は、脆弱なセラミックモノリス18等の脆弱触媒支持構造体を含んでいる。詳述されるように、脆弱なセラミックモノリス18は、例えばマット20等の支持要素によってハウジング12内に支持され拘束されている。モノリス18は多数のガス透過性通路を含んでいる。この通路は一方の端の入口横断面から他方の端の出口横断面へ軸方向に伸長している。モノリス18は、すべての既知の方法及び構成で、すべての適切な耐火金属又はセラミック材料から構築されるだろう。モノリスは典型的には横断面構成において楕円又は円形であるが、その他の形状も可能である。

#### 【0007】

本発明にしたがうと、モノリスは、隙間（distance）又はギャップによりハウジングから間隔をおいている。隙間又はギャップは、使用する装置のタイプ及びデザイン、例えば触媒コンバーターかディーゼル粒子トラップかによって変化するだろう。このギャップは、セラミックモノリス18に弾性支持体を提供する支持要素20により満たされている。弾性支持要素20は更に良好な取扱性を有し、公称温度約900℃における200又は1000回の機械的サイクルを受けた後に少なくとも27579Pa（4psi）、好ましくは少なくとも41369

Pa (6 psi)、より好ましくは200サイクル後に少なくとも68948 Pa (10 psi) の実質的に安定かつ均一な最小保持圧力を維持する能力を利用した装置の製作において容易に加工される。

用語「サイクル」は、モノリス（すなわち、脆弱構造体）とハウジングとの間のギャップが特定の距離及び予め決められた速度で開閉することを意味する。現実の条件をシミュレートするために、ハウジングと直径55mmの脆弱構造体との間のギャップの膨張を、最大温度600℃における従来のハウジングの熱膨張係数を計算することにより決定した。計算の結果、ギャップの膨張は0.25mmであった。この情報に基づいて、約3.6mmのギャップに2000g/m<sup>2</sup>の基本重量を有する支持要素をマウントし、室温下で圧縮密度0.55g/ccを提供することにより支持要素の試験を行った。試験材料を約20℃/分の速度で900℃まで加熱し、試験中その温度に維持した。次いで試験材料を機械的サイクルに付した。各「サイクル」は約28秒間で定義され、3.6mmのギャップが0.25mm（1インチの10/1000）開き、0.25mm（1インチの10/1000）閉じた。200又は1000サイクルの後、支持要素のによって発揮された残留最小保持圧力を前記のようにして決定した。ある先行技術の支持要素は、200又は1000サイクルの後に「高い」最小圧力を維持することができたが、この要素は、少なくとも70%、しばしばそれよりも多くのアルミナ含量を有する非常に高価なゾルゲル由来耐熱性セラミックファイバーを均一に含んでいた。

#### 【0008】

対照的に、本発明の支持要素20は、アルミナ及びシリカ並びにバインダーからなる熔融形成耐熱性セラミックファイバーの一体型の実質的に非膨張性の複合シートを含んでいる。「一体型」とは、製造後、マウント用マットが自立構造を有し、繊維、プラスチック又は紙の強化層又は封じ込め層（containment）（マットにステッチボンドされたものを含む）を必要とせず、分解することなしに取り扱い又は操作することができることを意味する。「実質的に非膨張」とは、熱を適用したときに、プライが膨張性マットについて予想されるように容易に膨張しないことを意味する。もちろん、プライのある程度の膨張は、熱膨張率に基づ

いて起こる。しかしながら、膨張量は、膨張性マットの膨張と比較して非常に微弱なものである。マウント用マットは、膨張性材料及びゾルゲル由来セラミックファイバーを実質的に欠いている。

前記のように、本発明の支持要素に有用なセラミックファイバーは、アルミナ及びシリカを含む溶融形成セラミックファイバー、好ましくはメルトスパン耐熱性セラミックファイバーである。より詳細には、これらのファイバーを、前記ファイバーがX線回折により検出される結晶化度が少なくとも約5～約50%を有し、かつ約50～約500Åの結晶大きさを有するように少なくとも990～約1400℃の温度範囲で熱処理する。好ましいファイバーは、アルミノケイ酸塩からなる群より選ばれるファイバーであり、より好ましくは約40～約60%のアルミナ及び約60～約40%のシリカを有するアルミノケイ酸塩ファイバー、特に好ましくは約47～約53%のアルミナ及び約47～約53%のシリカを有するアルミノケイ酸塩ファイバーが含まれる。

本発明のプライに利用されるファイバーは溶融形成されたものであり、好ましくは化学的に高純度のスパンファイバーであり、好ましくは約1～約10μm、より好ましくは約3～6.5μmの平均直径を有している。ファイバーは当該技術分野において周知の方法で選別され、90%よりも大きいファイバーインデックス (fiber index) を得る。これは、ファイバーが10%未満、好ましくは約5%のショットを含むことを意味する。

#### 【0009】

本発明のファイバーは、2つの特定の時間-温度処理のうちの1つの下で前記ファイバーを熱処理することにより製造されることに注意することは重要である。1つのケースでは、特定の溶融加工技術が、少なくとも1100℃で少なくとも30分間のファイバーの熱処理を要求する。代替として、ファイバーを少なくとも990℃の温度よりも低い温度で処理してもよい。ただし、この処理を少なくとも1時間行う必要がある。したがって、英国特許第1,481,133号明細書とは反対に、本発明のファイバーは、ファイバーの失透温度よりも高い温度、好ましくはファイバーの失透温度よりも少なくとも100℃高い温度で、前記英国特許に示唆される時間以上の期間維持する。いずれにしても、そのような処

理工程が本発明の目的に適した溶融形成セラミックファイバーを提供することを見いだした。

ファイバーは、好ましくは990～1400℃で熱処理すべきである。好ましい態様において、ファイバーの熱処理は、ファイバーを少なくとも1100℃で少なくとも2時間処理することを含んでいる。この処理時間をより長くしてもよいが、そのような長い熱処理によって改良されたファイバーが得られるかもしれないし得られないかもしれないことは理解されるだろう。例えば、ファイバーの全日の処理が可能であるし、一週間の処理も可能である。長い処理時間はより高い保持圧力を提供すると考えられるが、30分/1時間の最少の時間制限、より好ましくは2時間の時間制限が、本発明の目的に適していると考えている。しかしながら、短い時間は適していない。

ファイバーを前記のパラメーターまで結晶化した後、支持要素へと形成するだろう。典型的には、犠牲的バインダー (sacrificial binder) を用いてファイバー同士を最初に結合する。本発明に使用するバインダーは典型的には有機バインダーである。「犠牲的」とは、バインダーが最終的にマウント用マットの外で焼成 (burn) し、最終の支持要素としては溶融形成セラミックファイバーのみが残ることを意味する。

#### 【0010】

適切なバインダーには水性及び非水性のバインダーが含まれるが、好ましくは使用するバインダーは、反応性の熱硬化性ラテックスであり、硬化後は前記のように備え付けられたマウント用マットの外で焼成することができる可撓性材料である。適切なバインダー又は樹脂の例には、アクリル樹脂、スチレン-ブタジエン、ビニルピリジン、アクリロニトリル、塩化ビニル、ポリウレタン等の水性ベースのラテックスが含まれるがこれに限定されるものではない。その他の樹脂には、低温可撓性熱硬化性樹脂、例えば不飽和ポリエステル、エポキシ樹脂及びポリビニルエステルが含まれる。好ましくは約5～約10%、特に好ましくは約8%のラテックスを使用する。バインダー用の溶媒には、水又はバインダーに利用するのに適切な有機溶媒、例えばアセトンを含むことができる。溶媒中におけるバインダーの溶液強度 (solution strength) (使用する場合は、所望のバイ

ンダーローディング及びバインダーシステムのワーカビリティ（粘度、固形分含量等）に基づき従来の方法により決定することができる。

本発明のマウント用マット又は支持要素は、全ての既知の技術により製造することができる。例えば、製紙方法を使用して、セラミックファイバーをバインダーと混合して、混合物又はスラリーを形成する。すべての混合手段を使用してもよいが、好ましくは繊維性成分が約0.25～5%のコンシステンシー又は固形分含量（0.25～5部の固形分：99.5～95部の水）で混合する。次いでスラリーを水で希釈して形成を増強させるだろう。最後に凝集剤及び排水保持補助剤（drainage retention aid chemicals）を用いて凝集させるだろう。次いで凝集した混合物又はスラリーを製紙機に置き、セラミックペーパーのプライに形成する。代替として、スラリーを減圧注型することによりプライを形成してもよい。いずれの場合において、典型的にはオープン中で乾燥させる。使用する標準的な製紙技術のより詳細な記載については、米国特許第3,458,329号明細書を参照のこと。この文献の開示内容は参照することにより本明細書に組み込まれる。この方法では、典型的に加工中にファイバーを破壊する。したがって、この方法を使用するときには、ファイバーの長さは一般的には約0.025～約2.54cmである。

#### 【0011】

更に、従来の方法、例えば乾燥空気レイヤリング（dry air layering）によりセラミックファイバーをマットに加工してもよい。この段階におけるブレイは構造的な一体性が非常に低く、従来の触媒コンバーター及びディーゼル粒子トラップマウント用マットに対して非常に厚い。得られたマットを当該技術分野において周知のようにしてドライニードル（dry needle）してマットの密度を高め、その強度を増加させることができる。

乾燥空気レイヤリング技術を使用する場合、代替として含浸によりバインダーをマットに添加することによりマットを加工して不連続繊維複合材料を形成してもよい。この技術においては、従来の製紙技術に関して前記したようにマットのプリプレグを形成するよりも、マットの形成後にバインダーを添加する。マットを製造するこの方法は、破損の減少により繊維強度の維持を援助する。この方法



を使用するとき、ファイバーの長さは一般的に約1～約10 cm、好ましくは約1.25～約7.75 cmである。

マットにバインダーを含浸させる方法には、液体バインダー系にマットを完全に沈める方法又は代替としてマットにスプレーする方法が含まれる。連続的手順において、ロール形態で輸送することができるセラミックファイバーマットを、コンベヤ又はスクリーン等の上で巻き戻して移動し、スプレーノズルを通過させ、バインダーをマットに適用する。次いでマット/バインダープリプレグを、過剰量の液体を除去し、プリプレグをほぼ所望の厚さに圧密化するプレスロールの間を通過させる。

次いで圧密化プリプレグをオープン中を通過させて全ての残留溶媒を除去し、必要ならばバインダーを部分的に硬化させて複合体を形成する。乾燥及び硬化温度は（使用するならば）、バインダー及び溶媒に主に依存する。次いで複合体を保存又は輸送のために切断又は巻き取ることができる。

マット部分に液体バインダーを含浸させる工程、プリプレグを取り出す工程及び圧縮して過剰量の液体を除去する工程、その後乾燥して複合体を形成し、保存し、サイズに切断することにより、バッチ態様でマウント用マットを製造することもできる。

#### 【0012】

前記の技術を用いるにもかかわらず、複合体を、例えばダイスタンプ法等により切断し、再現性のある耐性を有する正確な形状及びサイズを有するマウント用マットを形成することができる。マウント用マット20は適切な取り扱い特性を示す。このことは容易に取り扱うことができること及び脆弱でないため多くのその他のブランケット又はマットの様に思いのままに崩壊しないことを意味する。破壊することなしに触媒支持構造体18の周りに容易かつ柔軟に適合させ、触媒コンバーターハウジング12へ組み立てて、過剰量の材料をマニピュレーション領域16へ押し出し又は流して最小のフラッシング又はフラッシングのない触媒支持構造体18に対する弾力的な支持体を形成し、これによりギャップ膨張の200又は1000サイクルの後の900℃の公称温度下において少なくとも27579 Pa (4 psi) の触媒支持構造体18に対する保持圧力を提供する。より好ましく

は、プライは、200サイクルの後の900℃の公称温度下で少なくとも68948 Pa (10 psi)、又は少なくとも41369 Pa (6 psi)、特に好ましくは1000サイクルの後に900℃で少なくとも82737 Pa (12 psi)の触媒構造体に対する最小残留支持圧力を提供する。

例えばEガラス等のその他のファイバーをマウント用マット組成物へ2%以下の少量で添加してもよいことが理解されるだろう。研究は完成していないけれども、Eガラスは本発明のマットに利益を与えるものではなく、ある時間期間の間に分解を引き起こすものであると考えている。

操作において、触媒コンバーターは温度における有意な変化を経験する。熱膨張係数の差異により、ハウジング12は支持構造体18よりも膨張し、これらの要素間のギャップはわずかに増加するだろう。典型的なケースにおいては、ギャップは、コンバーターの熱サイクルの間に0.25 mmのオーダーで膨張し収縮する。マウント用マットの厚さ及びマウント密度 (mounting density) は、少なくとも27579 Pa (4 psi)の最小保持圧力が全ての条件下で維持され、脆弱構造体がルース (loose) を振動させることを防ぐように選択される。これらの条件下においてマウント用マット20により発揮される実質的に安定なマウント圧力 (mounting pressure) は、構成要素の物理的一体性を損なうことなく組み立て品の熱特性の適応を許容する。

#### 【0013】

一般名称において本発明を説明したが、実施例によってより詳細に説明する。これらの実施例は説明のみを目的とするものであって、特に述べない限り、全ての点において限定するものではないことが理解されるだろう。これらの実施例は本発明の実施を証明するためのみに用いられる。

最初に、約47～約53%のアルミナ及び約47～約53%のシリカを含む高純度化学物質からなる熔融形成セラミックファイバーを製造した。ファイバーは約5.4～約6.2  $\mu\text{m}$ の平均直径を有していた。ファイバーを従来の方法で洗浄し、90%をこえるファイバーインデックスを得、その後、少なくとも900～約1400℃の温度下で熱処理した。より詳細には、これらの実施例のほとんどは約1100～1150℃で熱処理した。特定の熱処理スケジュールは約10

00～1150℃の標的溫度における1時間のランプ時間 (ramp time) 及び2時間の浸漬時間を含んでいた。熱処理したファイバーを、約8%のラテックスバインダーを使用した従来の製紙方法によりマット形態へ一体化した。いくつかの例においては、約2%までのEガラスをファイバーのプライに添加したが、Eガラスは本発明の本質的な性質に影響するものではないと考えている。

本発明の実施を証明するために、本発明の概念にしたがい製造し、表1に示すファイバーを含む5つのサンプルマット (実施例1～5) を製造し、試験して最小残留保持圧力を決定した。マットは2000 g/m<sup>2</sup>の基本重量を有し、3.6 mmのギャップにマウントされ、室温下で約0.55 g/ccの圧縮密度を与えた。次いでマットを900℃に加熱し、試験中、その温度下に置いた。ギャップは約28秒の過程で10/1000インチ (0.25 mm) 開き、10/1000インチ (0.25 mm) 閉じて1つのサイクルを表した。マットを、約900℃の一定温度下、200及び1000サイクルのそれぞれについて試験した。各マットについて得られた最小保持圧力を記録し、表1に示した。これらの試験結果を、100%のムライトゾルゲルファイバーから製造した比較用マット (例A)、約75%のゾルゲルセラミックファイバー及び約25%の非晶質アルミノケイ酸塩ファイバーの混合物から製造した比較用マット (例B) について行った同一の試験の結果と比較した。その他のマットは、英国特許第1,481,133号の開示にしたがい製造した。これらには、高純度メルトブラウン小直径アルミノケイ酸塩ファイバー (例C) 及び大直径カオリンベースファイバー (例D) が含まれた。比較結果を表1に示す。

#### 【0014】

表1

200及び1000サイクルの圧縮後の各サンプルファイバー組成物及び得られたP<sub>min</sub> (900℃)

| 実験<br>No. | ファイバーの説明                                  | 標的温<br>度<br>(°C) | 時間  | 900°Cで 200 サ<br>イクルにおける<br>Pmin (Pa(psi)) | 900°Cで 1000 サ<br>イクルにおける<br>Pmin (Pa(psi)) |
|-----------|---|------------------|-----|---|--|
| 1         | 98%メルトスパン大直径ア<br>ルミノケイ酸塩ファイバー<br>2% E-ガラス | 1300             | 2時間 | 13.13(90528)                              | 9.22(63570)                                |
| 2         | 98%メルトスパン小直径ア<br>ルミノケイ酸塩ファイバー<br>2% E-ガラス | 1100             | 2時間 | —   | 6.81(41369)                                |
| 3         | 98%メルトスパン大直径ア<br>ルミノケイ酸塩ファイバー<br>2% E-ガラス | 1100             | 2時間 | 19.03(131207)                             | 10.0(68948)                                |
| A         | 100%ゾルゲルムライトファ<br>イバー                     | —                | —   | 16.24(111971)                             | 12.46(85909)                               |
| B         | 75%ゾルゲルファイバー<br>25%非晶質アルミノケイ酸<br>塩ファイバー   | —                | —   | 3.59(24752)                               | 1.55(10687)                                |
| C         | 100%メルトブラウン小直径<br>アルミノケイ酸塩ファイバ<br>ー       | 1050             | 30分 | 0.88(6067)                                | --   |
| D         | 100%カオリンベースファイ<br>バー                      | 1050             | 1時間 | 0.86(5929)                                | --   |
| 4         | 100%メルトスパン大直径ア<br>ルミノケイ酸塩ファイバー            | 1100             | 2時間 | 14.37(99078)                              | 8.16(56261)                                |
| 5         | 100%メルトスパン大直径ア<br>ルミノケイ酸塩ファイバー            | 1200             | 2時間 | 18.22(125623)                             | 10.26(70740)                               |

## 【0015】

表1から行われる最も重要な比較は、試験における200及び1000サイクル後の最小保持圧力又はロード(Pmin)についてのセラミックファイバーの能力を示すデータに関するものである。非常に高価な100%ムライトファイバーは1000サイクル後に約85909Pa(12.46psi)という最高の結果を示したが、本発明の全てのマットにより得られた最小圧力は1000サイ

クル後で少なくとも41369 Pa (6 psi) よりも大きかった。更に、200サイクル後に試験した本発明のマットは、900℃において少なくとも89632 Pa (13 psi) の最小圧力を維持していた。

更なるデータに関して、図2及び3は、900℃における完全な1000サイクルの圧縮試験の間の最小及び最大圧力の認識可能かつ予測可能なパターンを示す種々のデータポイントを示している。試験したマットが、高温曝露及び機械的サイクルによる分解に関して予測可能な挙動を示したという事実は、これらのマットを更に有用なものとしている。

図4及び5は、本発明において使用したファイバーに関する結晶化度の百分率及び結晶の大きさのデータを示している。このデータに基づいて、本発明は約5～約50質量%の結晶化度を有し、約50～約500 Åの結晶サイズを有することを特定した。図5のデータより、英国特許第1,481,133号の記載とは対照的に、200 Åよりも大きい結晶サイズを有するファイバーは本発明を妨げないことが理解されるだろう。実際、大きい又は小さい大きさの粒子は本発明にとって有用であるかもしれないし有用でないかもしれないことが理解されるだろう。

図6は、マットの比較的耐久性パフォーマンスを示している。試験した全てのサンプルにおける減容はかなり無視することができること及び結果の間の外観上比較的大きな差異は基本的に意味がないことに注意すべきであろう。0.3 cc未満の減容を有する全ての製品は適切な耐久性を有すると考えられる。

図7は、その他の材料に由来するサンプルについての、900℃における200サイクルの圧縮試験の間の最小保持圧力についての認識可能かつ予測可能なパターンを示している。特に、サンプル4及び5は、アルミノケイ酸塩のメルトスパン大直径ファイバーを含んでいる。サンプルをそれぞれ1100℃及び1200℃で2時間加熱した。対照的に、サンプルCは、平均直径が約1.5～2.5 μmの高純度高インデックスアルミノケイ酸塩ファイバーを含んでいることが理解されるだろう。このサンプルを、英国特許第1,481,133号に示されるようにして1050℃で30分間熱処理した。同様に、サンプルDはカオリンベースの平均直径約3 μmの高インデックスファイバーを使用した。サンプルを1

050℃で1時間熱処理したところ、200サイクル後に900℃で少なくとも27579Pa (4psi) の残留支持圧力を維持しなかった。対照的に、本発明のサンプルは一貫して27579Pa (4psi) より高かった。

#### 【0016】

本発明のマウント用マット／支持要素によって証明された優れた物理的特性の観点から、これらのマットは、少なくとも触媒コンバーター及びディーゼル粒子トラップ並びに製造者に好ましいと考えられる。マウント用マットは打ち抜くことができ、薄い外形で弾力性支持体として実施可能である。このことは取り扱いの容易性及び可撓性形態を提供し、破損なしに触媒支持構造体の全体の包装を提供することができる。代替として、マウント用マットは、触媒支持構造体の少なくとも一部分の全周又は周辺部を一体的に包んでもよい。更にマウント用マットは部分的に包んでもよく、所望によりガスのバイパスを防ぐためにいくつかの従来のコンバーター装置において現在使用されるエンドシール (end-seal) を含んでいてもよい。

本発明は、種々の用途、例えば触媒コンバーター、特にオートバイ及びその他のスモールエンジンマシン、自動車用プレコンバーター (preconverter) 及び高温スペーサー、ガスケット、更には次世代自動車底面の触媒コンバーターシステムにおいて有用である。一般的に本発明は、室温下で保持圧力を発揮する、特に約20から1300℃の昇温下、熱サイクルの間、保持圧力を維持する能力を提供するマット又はガスケットを要求する全ての用途に使用することができる。

本発明のマウント用マットは、化学産業において用いられる触媒コンバーターに使用することができ、これは保護的にマウントされる脆弱性のハニカム構造を含んでいる排気ガス又は排出煙突内に置かれる。

したがって、本発明の目的は本発明によって達成される。本発明は、前記の特定の態様に限定されるものではなく、請求の範囲により定義される変形、改良及び同等の態様を含んでいる。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

図1は、本発明の触媒コンバーターの断片的な立面図である。

## 【図2】

図2は、従来技術のマット及びブランケットと比較しての、本発明にしたがい製造したいくつかの支持要素について試験したサイクル数（すなわち1000まで）に対して発揮された最小圧力のグラフ図である。

## 【図3】

図3は、図2に示した各支持要素について試験したサイクル数（すなわち1000まで）に対して発揮された最大圧力のグラフ図である。

## 【図4】

図4は、熱処理温度の関数としての本発明のセラミックファイバーのムライト結晶化度の百分率のグラフ図である。

## 【図5】

図5は、熱処理温度の関数としての本発明のセラミックファイバーの微結晶の大きさのグラフ図である。

## 【図6】

図6は、4つの本発明又は従来技術のファイバーのうちの1つを含む支持要素の減容（cc基準）の比較を示す棒グラフである。

## 【図7】

図7は、従来技術のマット及びブランケットと比較しての、本発明にしたがい製造したいくつかの支持要素について試験したサイクル数（すなわち200まで）に対して発揮された最小圧力のグラフ図である。

【図1】

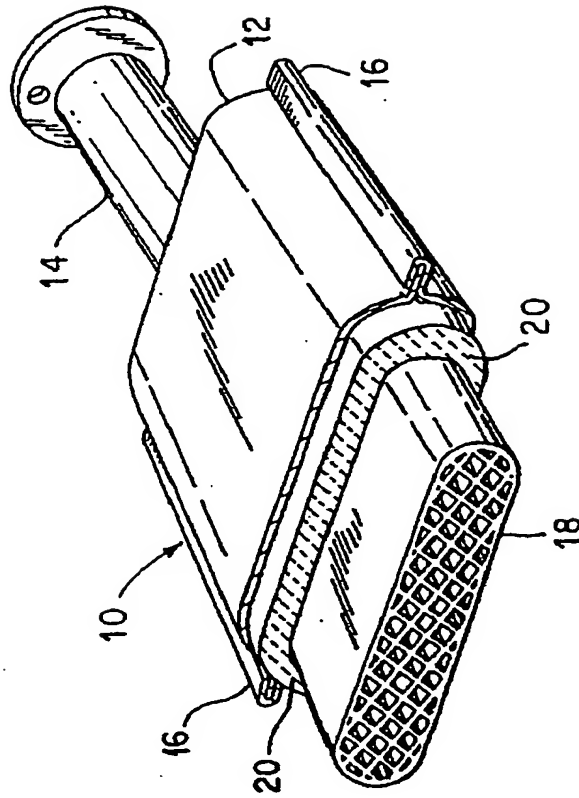
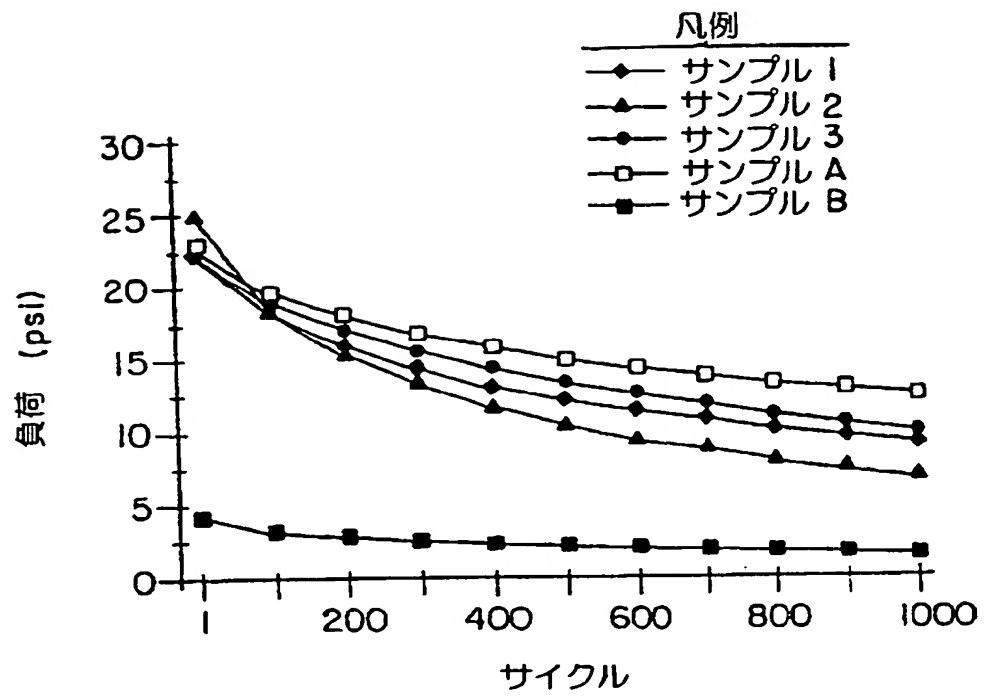


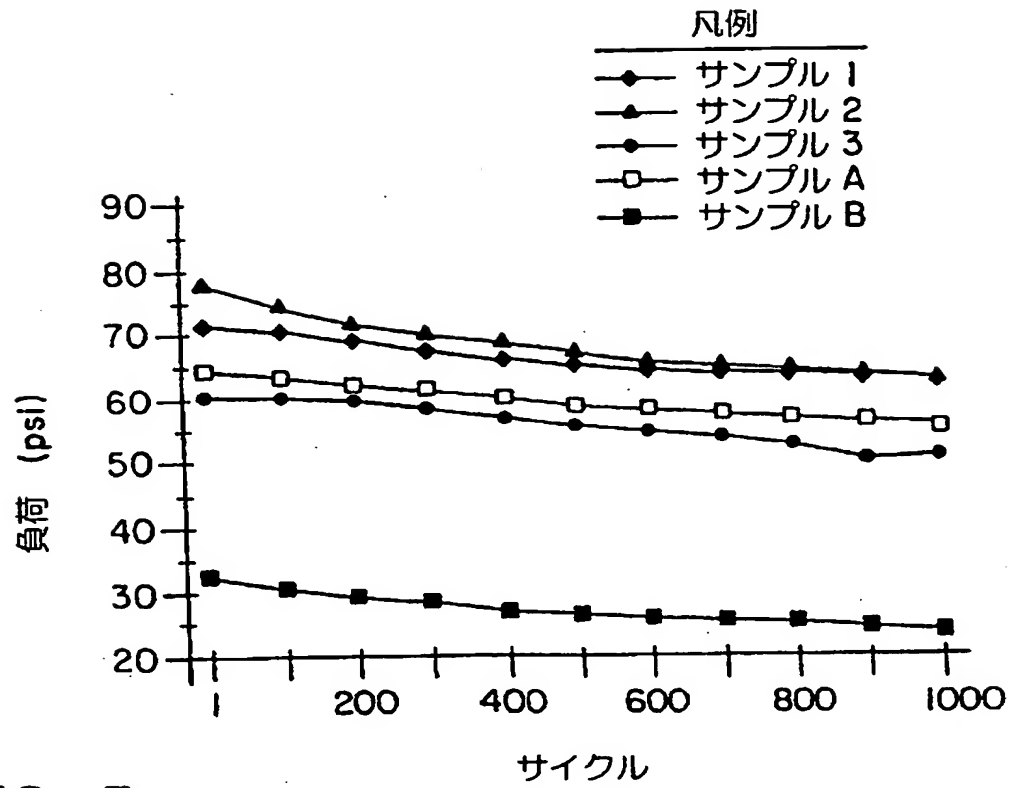
FIG. 1



【図2】

FIG.-2

【図3】

FIG.-3

【図4】

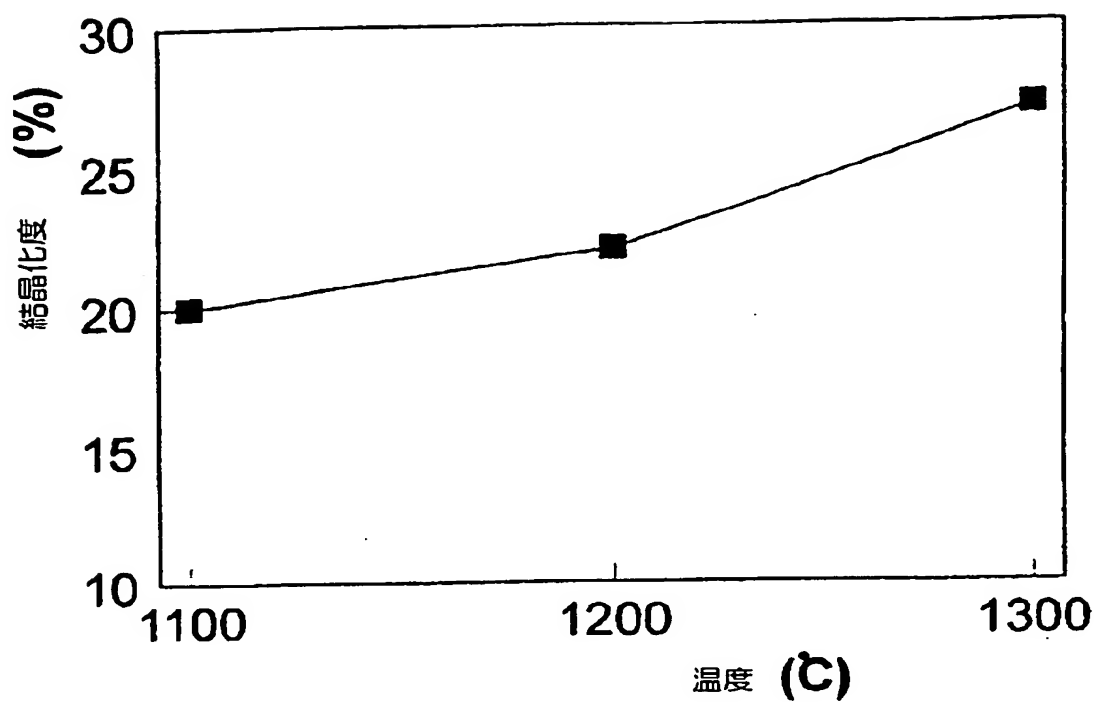


FIG.- 4

【図5】

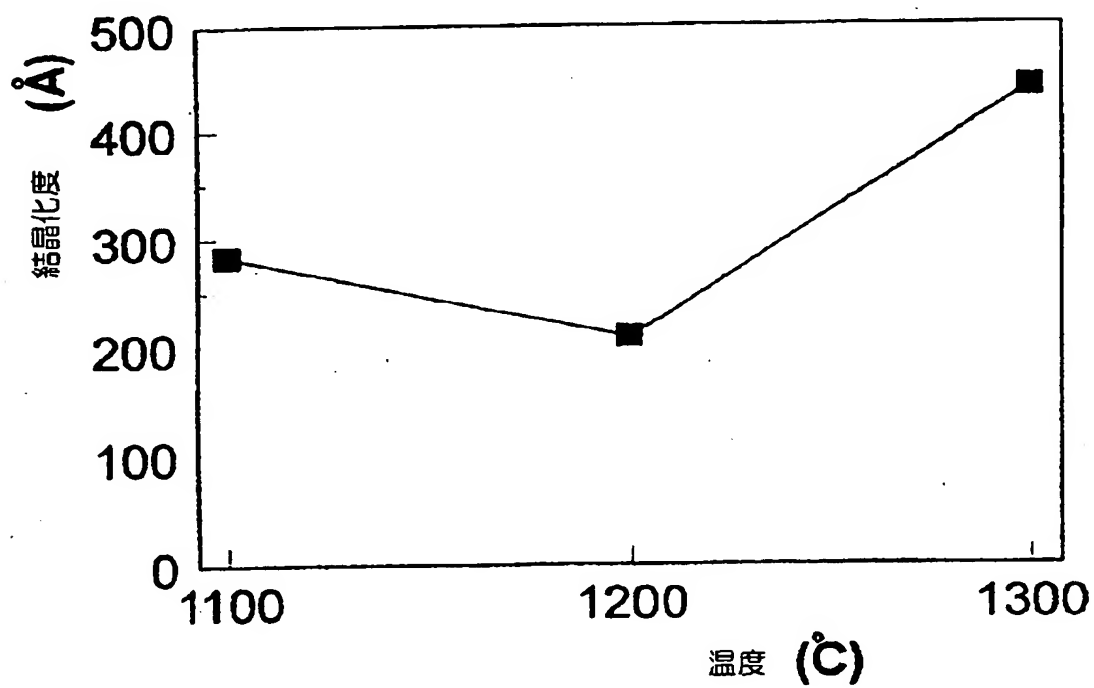
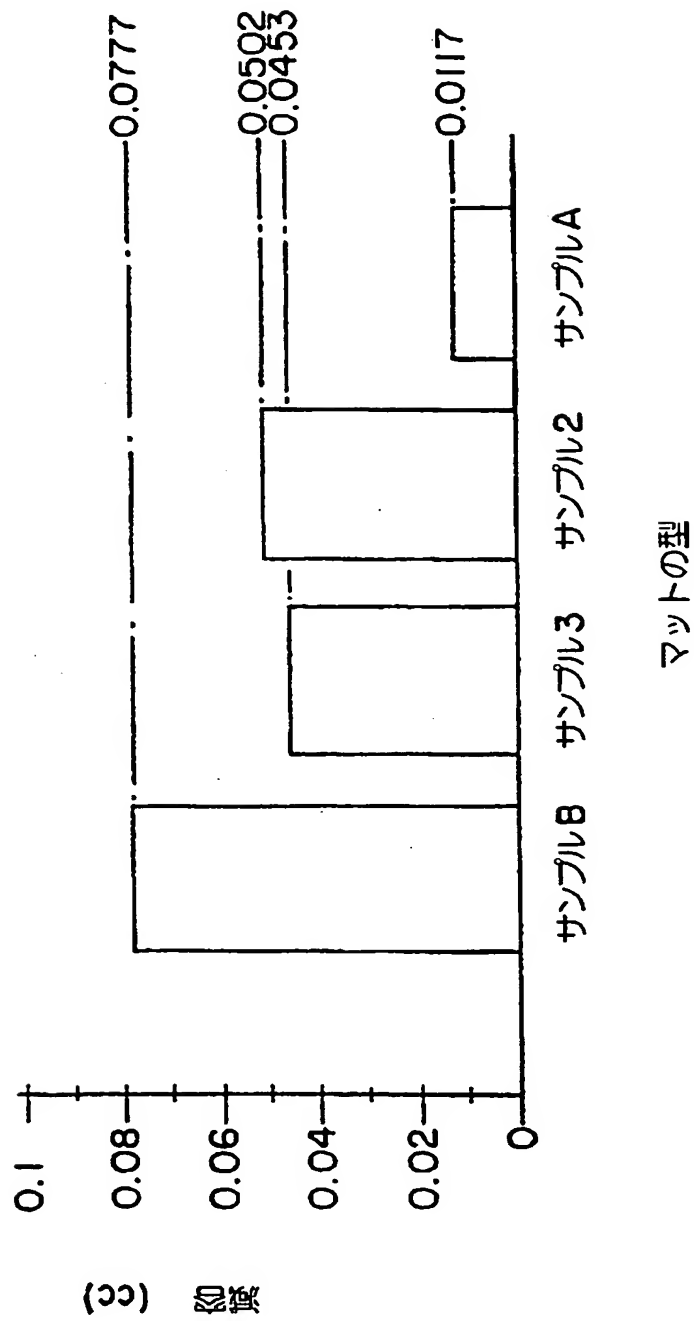
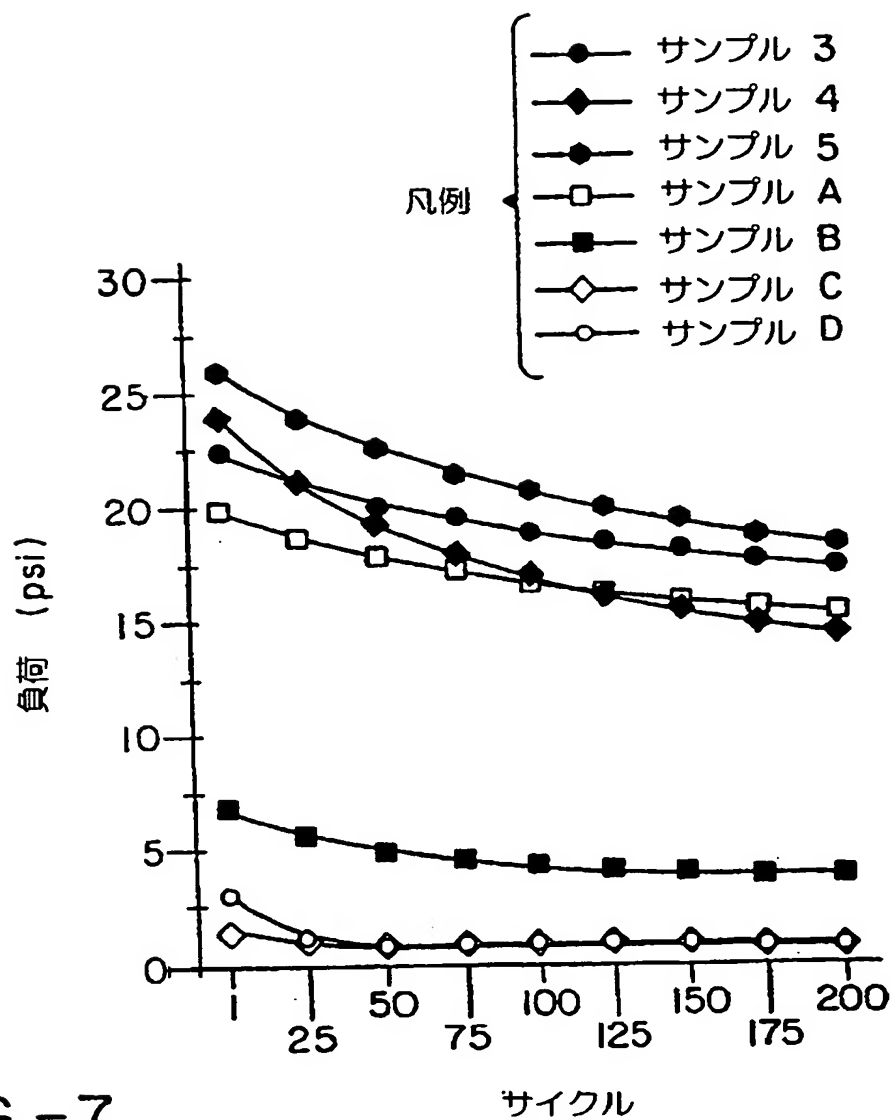


FIG.- 5

【図6】

FIG.-6

【図 7】

FIG.-7

【手続補正書】

【提出日】平成12年11月13日(2000. 11. 13)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ハウジング、前記ハウジング内に弾性的にマウントされた脆弱構造体及び前記ハウジングと前記脆弱構造体との間に配置された支持要素を含む装置であって、

前記支持要素はアルミナ及びシリカを含む熔融形成したセラミックファイバーからなる一体型の実質的に非膨張性のプライを含み、前記ファイバーは約1～約14  $\mu\text{m}$ の平均直径を有し、以下の時間-温度処理：(i) X線回折により検出される少なくとも約5～約50%の結晶化度を有し、かつ約50～約500 Åの結晶の大きさを有するように、少なくとも990℃～約1100℃よりも低い温度で1時間よりも長い時間のファイバーの熱処理及び(ii) 少なくとも1100℃で前記結晶化度及び前記結晶の大きさに発達させるのに十分な時間のファイバーの熱処理のうちの1つの熱処理を受けており、前記ファイバーは適切な取り扱い特性を有し、前記支持要素は900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するために少なくとも27579 Pa (4 psi) の最小残留圧力を発揮することを特徴とする装置。

【請求項2】 前記ファイバーがアルミノケイ酸塩からなる群より選ばれ、更に前記アルミノケイ酸塩ファイバーが以下の特徴：

i) 約40～約60質量%のアルミナ及び約60～約40質量%のシリカを含んでいる、

ii) 約3～約6.5  $\mu\text{m}$ の平均直径を有している、及び、

iii) 約10%よりも少ないショットを有している、

のうちの少なくとも1つにより特徴付けられる、請求項1に記載の装置。

【請求項3】 前記支持要素がファイバーを含み、前記ファイバーが、下記の時間-温度処理：

i) 1100～約1400℃で少なくとも1時間の熱処理、及び、

ii) 少なくとも約1100℃で少なくとも2時間熱処理

のうちの1つで前記ファイバーを熱処理することにより製造される、請求項1に記載の装置。

【請求項4】 前記支持要素が、

ファイバーを熔融紡糸する工程、

前記ファイバーを、以下の時間-温度処理：(i) X線回折により検出される少なくとも約5～約50%の結晶化度を有し、かつ約50～約500 Åの結晶の大きさを有するように少なくとも990℃～約1100℃よりも低い温度で1時間よりも長い時間の熱処理及び(ii) 少なくとも1100℃で前記結晶化度及び前記結晶の大きさに発達させるのに十分な時間の熱処理のうちの1で熱処理する工程、及び、

前記ファイバーをマット形態に一体化する工程

を含む方法により製造される、請求項1に記載の装置。

【請求項5】 前記装置が、触媒コンバーター及びディーゼル粒子トラップからなる群より選ばれる排気ガス処理装置である、請求項1～4のいずれかに記載の装置。

【請求項6】 脆弱構造体に断熱性及び機械的ショック耐性を提供するために、ハウジングを有する装置内に少なくとも1つの入口面を有する脆弱構造体をマウントする方法であって、

アルミナ及びシリカを含む熔融形成セラミックファイバーからなる一体型の実質的に非膨張性のプライを含む可撓性支持要素を製造する工程であって、前記ファイバーは約1～約14 μmの平均直径を有し、以下の時間-温度処理：(i) X線回折により検出される少なくとも約5～約50%の結晶化度を有し、かつ約50～約500 Åの結晶の大きさを有するように、少なくとも990℃～約1100℃よりも低い温度で1時間よりも長い時間のファイバーの熱処理及び(ii) 少なくとも1100℃で前記結晶化度及び前記結晶の大きさに発達させるのに

十分な時間のファイバーの熱処理のうちの1つの熱処理を受けており、前記ファイバーは適切な取り扱い特性を有している工程、

前記入口面に隣接する前記構造体表面の少なくとも一部の外辺部全体を前記可撓性支持要素で包む工程、

前記包んだ構造体の周囲にハウジングを形成する工程、及び、

前記構造体と前記ハウジングとの間の前記支持要素を放射状に圧縮する工程を含み、前記支持要素は900℃で200サイクルの試験後に前記ハウジング内に前記脆弱構造体を保持するための少なくとも27579Pa (4psi)の最小残留圧力を発揮する手段を含んでいることを特徴とする方法。



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US99/03461

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC(6) : B01D 50/00, 53/34; F01N 3/10

US CL : 422/179, 180, 221, 222; 428/920; 501/95.01, 95.02; 55/523

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

U.S. : 422/179, 180, 221, 222; 428/920, 921; 501/95.01, 95.02; 55/523, fig. 30

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
NONE

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

APS

search terms: ceramic fibers, non-expand, catalyst

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| Y         | GB 1,481,133 A (JOHNSON ET AL) 27 July 1977, see entire document.                  | 1-17                  |
| Y         | US 5,580,532 A (ROBINSON ET AL) 03 December 1996, see entire document.             | 1-17                  |



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" documents defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"B" earlier document published on or after the international filing date

"L" documents which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reasons (as specified)

"O" documents referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"A"

document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

23 APRIL 1999

Date of mailing of the international search report

11 MAY 1999

Name and mailing address of the ISA/US

Commissioner of Patents and Trademarks

Box PCT

Washington, D.C. 20231

Facsimile No. (703) 305-3230

Authorized officer

HIEN TRAN

Telephone No. (703) 305-0661

---

フロントページの続き

(72)発明者 ラッキー トーマス エス  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14004  
オルデン サウス ブロッソム リー  
12327

Fターム(参考) 3G091 AA02 AA18 AB02 AB06 BA09  
BA10 BA14 BA15 BA19 CA06  
GB01Z GB17Z HA27 HA29  
4D048 BB02 BB18 CA07 CC04 CC06  
CC08  
4G069 CA02 CA03 EA18 EE01  
4G075 AA23 CA02 CA05 DA02 DA18  
EC30 EE21 FA12 FB01 FB02  
FB04 FC02 FC06 FC17

【要約の続き】

を前記の装置にマウントする方法も提供される。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**This Page Blank (uspto)**